

⑤1

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND  
 DEUTSCHES PATENTAMT



⑤2

Deutsche Kl.: 45 I, 17/08

⑩

# Offenlegungsschrift 2 403 427

⑪

Aktenzeichen: P 24 03 427.3

⑫

Anmeldestag: 24. Januar 1974

⑬

Offenlegungstag: 1. August 1974

⑭

Ausstellungsriorität: —

⑯

Unionspriorität

⑯

Datum: 29. Januar 1973

⑯

Land: Großbritannien

⑯

Aktenzeichen: 4388-73

⑯

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von pesticiden Präparaten

⑯

Zusatz zu: —

⑯

Ausscheidung aus: —

⑯

Anmelder: Imperial Chemical Industries Ltd., London

Vertreter gem. §16 PatG: Fincke, H., Dr.-Ing.; Bohr, H., Dipl.-Ing.; Staeger, S., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte, 8000 München

⑯

Als Erfinder benannt:

Clinch, Robin Charles, Yateley, Camberley, Surrey (Großbritannien)

DT 2 403 427

PATENTANWÄLTE  
DR.-ING. H. FINCKE  
DIPL.-ING. H. BOHR  
DIPL.-ING. S. STAEGER  
8 MÜNCHEN 5  
MÜLLERSTRASSE 31

2403427

Mappe 23 438 Dr.K.  
Case: PP.25827

24. Jan. 1974

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED  
London, Großbritannien

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON PESTICIDEN PRÄPARATEN

Priorität: 29.Januar 1973 - Großbritannien - 4388/731

Die Erfindung bezieht sich auf pesticide Präparate und insbesondere auf Pesticide, die in einer besonders geeigneten Form für eine rasche Dispergierung in Wasser angesetzt sind. Insbesondere bezieht sich die Erfindung auf wasserunlösliche Pesticide, die in Form von dispergierbaren Körnern hergestellt sind, und auf ein Verfahren zur Herstellung von pesticiden Präparaten in Form von dispergierbaren Körnern.

Eine der Hauptschwierigkeiten, die es in der Pesticid-Industrie gibt, liegt in der Überführung von wasserunlöslichen Pesticiden in zweckmäßige Präparate, welche leicht in Wasser Dispersionen ergeben. Präparate in Form von dispergierbaren Pulvern sind bekannt, aber diese sind im Gebrauch nicht besonders zweckmäßig und können sogar sowohl beim Gebrauch als auch bei der Herstellung in gewissen Fällen gefährlich sein. Pulverförmige Präparate sind voluminös und nicht immer leicht und sicher zu verpacken. Infolgedessen versucht man pesticide Präparate in Form von granularen Produkten herzustellen, wodurch in gewissem

409831/1073

- 2 -

Ausmaß die Nachteile vermieden werden, die sich bei Pulvern ergeben. Granulare Präparate sind von besonderem Wert, wenn bei der Herstellung eines pulverförmigen Präparats ein Material oder einen Stoff auftritt, der auf diese Weise gefährlich handzuhaben ist.

Es sind bereits zahlreiche Verfahren zur Herstellung von Granulaten entwickelt worden. Bei diesen werden die verschiedensten bekannten Techniken verwendet, wie z.B. eine Schlamm- und Spritztrocknung eines nassen Gemischs, welches das Pesticid und andere Bestandteile enthält. Trotzdem muß bei diesen Verfahren oftmals gemahlen und/oder pelletisiert werden.

Nunmehr wurde ein besonders zweckmäßiges und billiges Verfahren gefunden. Das Verfahren gestattet die Herstellung von wasserdispergierbaren Körnern, die feste, rieselfähige Präparate sind, nicht stauben und durch Wasser schnell benetzt und darin mit einer hohen Geschwindigkeit dispergiert werden können. Der Gehalt an Pesticid (aktiver Bestandteil) kann im Bedarfsfalle hoch sein, und außerdem besitzt das Produkt eine hohe Schüttdichte.

Gemäß der Erfindung wird also nunmehr ein Verfahren zur Herstellung von wasserdispergierbaren Körnern mit einem Teilchengrößenbereich von 0,5 bis 5 mm vorgeschlagen, welche mindestens 15 Gew.-% eines festen, wasserunlöslichen Pesticids und mindestens 4 Gew.-% eines Dispergiermittels enthalten, wobei das Verfahren dadurch ausgeführt wird, daß man ein extrudierbares wässriges Gemisch aus dem wasserunlöslichen Pesticid, dem Dispergiermittel und einem Desintegrierungsmittel herstellt, wobei das Pesticid weitgehend die Form von Teilchen mit einem Durchmesser von weniger

409831/1073

als 200  $\mu$  besitzt, das Gemisch zur Bildung von feuchten zusammenhaltenden Granalien extrudiert, die Granalien trocknet und, gegebenenfalls durch Aussieben, Granalien mit einer Teilchengröße im Bereich von 0,5 bis 5 mm gewinnt.

Der Ausdruck "wasserunlöslich" bedeutet hier eine Löslichkeit im Wasser bei 20°C von nicht mehr als 1 Gew.-%.

Oftmals ist das beim erfindungsgemäßen Verfahren zu verarbeitende Pesticid in Form einer Preßpaste oder eines Filterkuchens, die einen Anteil Wasser enthalten, verfügbar. Es wird bevorzugt, zusätzlich zu dem Dispergiermittel auch ein Netzmittel in das Gemisch einzuverleiben. Auch können die üblichen Füllstoffe in das Gemisch eingearbeitet werden, was auch für andere Bestandteile, beispielsweise wasserlösliche Pesticide, wie z.B. herbicide Bipyridiniumsalze, gilt.

Das wässrige Gemisch wird zweckmäßig in einem Bandmischer oder in einem ähnlichen Mischer gemischt. Eine bevorzugte Extruderform für die Durchführung dieser Extrusionsstufe ist eine solche, in welcher ein weiteres Mischen im Extruderkopf stattfindet.

Der freie Feuchtigkeitsgehalt des Gemisches wird so eingestellt, daß das extrudierte Gemisch in einer krümeligen Form aus dem Extruder austritt. Diese Einstellung oder Auswahl des freien Feuchtigkeitsgehalts ist für das erfindungsgemäße Verfahren wesentlich. Wenn das Gemisch zu naß ist, dann tritt das Extrudat aus der Extrusionsdüse als kontinuierliches Band (wie ein Spaghetti) aus und bricht nicht in Granalien der gewünschten Größe. Wenn das

409831/1073

- 4 -

Gemisch zu trocken ist, dann bildet das Extrudat keine zusammenhaltenden Granalien und zerbricht während der Trocknungsstufe in Staub. Wenn das Gemisch zu trocken ist, dann kann dies einfach dadurch korrigiert werden, daß man Wasser oder eine wässrige Lösung zusetzt. Wenn es aber zu naß ist, dann muß man es durch herkömmliche Maßnahmen teilweise trocknen, wie z.B. durch mäßiges Erhitzen und durch eine Vakuumbehandlung oder vorzugsweise durch Mischen mit einem einen Wasserunterschluß aufweisenden Salz. Nach dem Trocknen kann es nötig oder erwünscht sein, die Körner zu sieben, um feines Material zu entfernen, das sich während des Verfahrens gebildet haben kann.

Der Ausdruck "Dispergiermittel" wird hier für ein oberflächenaktives Mittel verwendet, welches die Dispergierung der pesticiden Teilchen erleichtert, wenn das Produkt in eine Flüssigkeit, wie z.B. Wasser, eingebracht wird. Die verwendeten Dispergiermittel sind vorzugsweise wasserlöslich. Beispiele hierfür sind Lignosulfonatsalze, wie z.B. Polyfon H, und Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit sulfonierte, unsubstituiertem oder substituiertem Phenol, Anilin oder einem entsprechenden Naphthalinderivat davon und gegebenenfalls mit Harnstoff. Beispiele für solche Kondensationsprodukte sind Dispersol T und Dyapol PT.

Das Netzmittel ist ein oberflächenaktives Mittel, welches die Benetzung der dispergierbaren Körner in Wasser erleichtert. Netzmittel, die beim Verfahren und bei den Präparaten der Erfindung verwendet werden können, sind beispielsweise alkylierte Benzolsulfonatsalze, wie z.B. Arylan S.F und Arylan SX, Äthylenoxydkondensate mit aliphatischen Alkoholen, Aminen, Säuren oder Alkylphenolen, wie z.B. Lissapol NX, bei welchem

409831/1073

- 5 -

Nonylphehol enthalten ist; und Alkylnaphthalinsulfonate, wie z.B. Perminal BX.

Alle oberflächenaktiven Mittel wirken in gewissem Ausmaß als Dispergiermittel und in gewissem Ausmaß auch als Netzmittel. Die meisten oberflächenaktiven Mittel sind jedoch hinsichtlich der einen oder der anderen Eigenschaft unzureichend. Ein in der Herstellung entsprechender Präparate erfahrener Techniker kann leicht das für einen bestimmten Zweck geeignete oberflächenaktive Mittel auswählen.

Mit dem Ausdruck "Desintegrierungsmittel" ist hier eine feste, leicht wasserlösliche Substanz gemeint, wie z.B. ein Salz oder ein einfacher organischer Stoff, welche die Desintegrierung der dispergierbaren Körner unterstützen, wenn diese in Wasser eingebracht werden, um eine Dispersion herzustellen. Auf Grund ihrer leichten Löslichkeit oder auf Grund einer Reaktion beim Zusammenbringen mit der Flüssigkeit unterstützen sie das Aufbrechen der Körner. Substanzen, die als Desintegrierungsmittel verwendet werden können, sind z.B. Natriumactetat, Natriumsulfat, Natriumbicarbonat und Zitronensäure. Zweckmäßigerweise werden oftmals Gemische von Desintegrierungsmitteln verwendet.

Mit dem Ausdruck "Salz mit Wasserunterschluß" ist ein Salz gemeint, welches zur Aufnahme von Kristallisationswasser fähig ist, um die Menge der anwesenden freien Feuchtigkeit im Gemisch auf einen Wert zu senken, bei dem das Gemisch ein zufriedenstellendes Extrusionsverhalten zeigt. Geeignete

409831/1073

Salze mit Wasserunterschub sind beispielsweise Natriumacetat, Natriumsulfat und Magnesiumsulfat. Gewünschtenfalls kann das gleiche Salz im Extrusionsgemisch sowohl als Desintegrierungsmittel als auch als Salz mit Wasserunterschub dienen, d.h. also, daß es eine doppelte Funktion übernimmt.

Die Teilchengröße des verwendeten Pesticids liegt unterhalb 200  $\mu$ . Im allgemeinen liegt die bevorzugte Teilchengröße von 5 bis 50  $\mu$ , jedoch können größere oder kleinere Teilchen zufriedenstellen sein. Die Preßpasta des Pesticids enthält oftmals zwischen 10 und 50 Gew.-% Wasser.

Mit dem Ausdruck "Pesticid" ist hier irgendein chemisches Pflanzenschutzmittel gemeint, wie z.B. ein Insekticid, ein Acaricid, ein Molluscicid, ein Herbicid, ein Pflanzenwachstumsmodifizierungsmittel, ein Pflanzenfungicid, ein Pflanzenbaktericid und ein Pflanzenantivirusmittel. Spezielle Pesticide, die gemäß der Erfindung in dispergierbare granulare Präparate verarbeitet worden sind, sind weiter unten aufgeführt.

Die Erfindung ist nicht auf die folgenden Pesticide beschränkt. Diese Pesticide dienen lediglich zur Erläuterung.

<u>Trivialname</u>	<u>Chemischer Name</u>
Captan	N-(Trichloromethylthio)cyclohex-4-en-1,2-dicarboximid
Captafol	N-(1,1,2,2-Tetrachloräthylthio)-cyclohex-4-en-1,2-dicarboximid

<u>Trivialname</u>	<u>CHEMISCHER NAME</u>
Drazoxolon	4-(2-Chlorophenylhydrazone)-3-methyl-5-isoxazolon
Metazoxolon	4-(3-Chlorophenylhydrazino-3-methyl-5-isoxazolon
Ethirimol	2-Äthylamino-4-methyl-5-n-butyl-6-hydroxypyrimidin
Pirimicarb	2-Dimethylamino-5,6-dimethyl-pyrimidin-4-yl-dimethylcarbamat
Simazin	2-Chloro-4,6-bis(äthylamino)-1,3,5-triazin.

Andere wasserunlösliche Pesticide, die durch das erfundungsgemäße Verfahren in Präparate verarbeitet werden können, sind in "Pesticide Manual" von H. Martin, 3. Auflage, herausgegeben vom British Crop Protection Council, beschrieben.

Der freie Feuchtigkeitsgehalt oder der Feuchtigkeitsgrad des extrudierbaren wässrigen Gemisches hängt von einer Anzahl von Faktoren ab, wie z.B. von der Natur des verwendeten Pesticids und von seinem Anteil im Gemisch; von der Teilchengröße des Pesticids; und von den allgemeinen rheologischen Eigenschaften des Gemisches. Jedoch liegt im allgemeinen der freie Feuchtigkeitsgehalt des extrudierbaren wässrigen Gemisches zwischen 5 und 25 Gew.-%.

Die zur Herstellung des Gemisches verwendete Vorrichtung kann beispielsweise aus einem Bandmischer oder aus einem Mischer

mit versetzter Spirale bestehen, wie sie beispielsweise unter dem Namen "Winkworth-Mischer" und "Gardener-Mischer" bekannt sind. Weiterhin können Planetenmischer verwendet werden, wie z.B. der "Nauta-Mischer".

Im allgemeinen kann jeder Extruder für die Durchführung der Extrusionsstufe beim erfindungsgemäßen Verfahren verwendet werden. Besonders zweckmäßige Extruder sind die "Elanco-Extruder". Ein ganz besonders bevorzugter Extruder für eine Herstellung im kleinen Maßstab ist der "Elanco-Extruder Modell XDC 100". Es wird bevorzugt, daß die Extrusionsöffnungen, das sind die Löcher, durch welche das Gemisch hindurchgepreßt wird, in einem Sieb vorliegen, das eine Lochweite zwischen 0,55 und 1,2 mm aufweist, obwohl auch ziemlich größere Löcher gegebenenfalls verwendet werden können. Beim Betrieb wird das Gemisch der Maschine zugeführt und durch die sich drehende Schnecke in eine Extrusionskammer eingebracht, deren Wandungen mit einem Sieb der beschriebenen Lochgröße versehen ist. Die Extrusionsgeschwindigkeit kann innerhalb weiter Grenzen schwanken. Beispielsweise ist bei einem "Elanco-Extruder Modell 100 XDC" eine geeignete Geschwindigkeit 35 kg bis 120 kg Extrudat je Stunde.

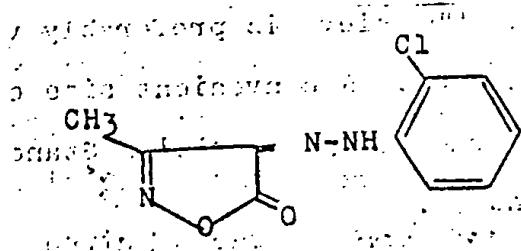
Das Trocknen des krümeligen Extrudats kann mit jeder bekannten Trocknungsvorrichtung ausgeführt werden. Nötigenfalls kann das Extrudat einfach dadurch getrocknet werden, daß man es stehen läßt. Beschleunigtes Trocknen ist jedoch zweckmäßiger. Es wird bevorzugt, einen Wirbelbett-Trockner zu verwenden. Ein geeigneter Wirbelbett-Trockner ist beispielsweise der Manesty-Petrie-Trockner Modell MP100S.

Ein solches Trocknen wird vorzugsweise dadurch ausgeführt, daß man die Temperatur des Extrudates erhöht, beispielsweise eine halbe Stunde auf 60°C (kürzere Zeiten und höhere Temperaturen und umgekehrt können ebenfalls verwendet werden). Wenn ein Sieben zum Entfernen von feinem Material nötig ist, dann kann jedes Sieb mit einer geeigneten Maschenweite verwendet werden. Das Sieb wird vorzugsweise durch mechanische Wirkung vibriert. Ein zweckmäßiges Sieb ist beispielsweise ein solches mit einer Maschenweite von 0,5 bis 2,0mm. Eine zweckmäßige Durchführungsweise besteht darin, das Extrudat durch ein mechanisch vibriertes Sieb der Maschenweite 2,0 mm hindurchzuführen, die auf dem Sieb verbleibenden groben Körner zu verwerfen und hierauf die durch das Sieb hindurchgegangenen Körner durch ein mechanisch vibriertes Sieb der Maschenweite 0,5 mm hindurchzuführen, die durchgegangenen Körner und Feinstoffe zu verwerfen und als fertiges Produkt die auf dem Sieb der Maschenweite 0,5 mm zurückbleibenden Körner zu verwenden. Das verworfene grobe und feine Material kann wieder zurückgeführt und zum nächsten Mischungsansatz für die Extrusion zugeschlagen werden.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele erläutert.

#### BEISPIEL 1

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung eines dispergierbaren Körnerpräparats, welches das Pesticid mit dem Trivialnamen Drazoxolon enthält. Dieser Stoff kann durch die folgende chemische Formel dargestellt werden:



Der chemische Name ist 4-(2-Chlorophenylhydrazone)-3-methyl-5-isoxazolon.

Die bei der Präparatherstellung verwendeten Bestandteile sind weiter unten angegeben. Der Name oder der Handelsname eines jeden Bestandteils ist zusammen mit einem Hinweis auf seine Wirkung genannt. Auch sind die verwendeten Mengen angegeben. Das Drazoxolon besaß eine Teilchengröße im Bereich von 2,5 bis 20  $\mu$  und wurde als wässrige Preßpaste (Filterkuchen) verarbeitet.

Verwendete Menge (Gramm)

Drazoxolon, wässrige Preßpaste (71,8% aktiver Bestandteil, 75,5 % Feststoffe)	8360
Polyfon H (Dispergiermittel)	1500
Arylan SB (Netzmittel)	100
Natriumbicarbonat	400
Wasserfreies Natriumacetat	372
GTY Powder (Tonerde als Verdünnungs- mittel)	1318.

Die Bestandteile werden in einem "Nauta-Mischer" 10 min lang gemischt. Die Preßpaste wird zuerst eingebracht, und

409831/1073

ORIGINAL INSPECTED

dann wird das Natriumacetat und werden hierauf die anderen Bestandteile zugesetzt. Das erhaltene feuchte Pulvergemisch wird mit einer Geschwindigkeit von annähernd 90 kg/h durch einen "Elanco-Extruder" (Modell XDCS 100) extrudiert, wobei ein Sieb mit einer Maschenweite von 0,55 mm verwendet wird. Das aus dem Sieb herauskommende Extrudat bricht in feuchte zusammenhaltende Granulien auf. Das Produkt wird gesammelt und in einem Wirbelbett-Trockner mit einer Einlaßtemperatur von 60 °C bis zu einem Restwassergehalt von 3,5 % getrocknet, was durch das Dean-Stark-Verfahren bestimmt wird. Das Produkt wird dann gesiebt. Die Fraktion, die durch ein Sieb der Maschenweite 1,7 mm hindurchgeht und von einem Sieb der Maschenweite 0,5 mm zurückgehalten wird, wird gewonnen. Die durch das letztere Sieb hindurchgehenden Feinstoffe werden verworfen. Die Feinstoffe und das Überkorn kann zum nächsten Ansatz zugeschlagen werden.

Das Produkt entspricht der folgenden Spezifikation:

Desintegrierung und Suspensionsbarkeit

1,0 Gramm Produkt werden zu 100 ml hartem Standard-Wasser zugegeben ("World Health Authority Specification for Pesticides" 2. Auflage, 1961, (WHO, Genf)), und zwar in einem Crow Receiver, worauf der Receiver 15 min umgeschwenkt wird. Der Receiver wird in ein Wasserbad mit 30°C eingebbracht.

Nach 2 min: die Menge des Sediments soll höchstens eine Spur betragen.

Nach 5 min: die Menge des Sediments sollte 0,1 ml nicht überschreiten.

409831/1073

nach 30 min: die Menge des Sediments sollte 0,3 ml nicht überschreiten.

Nach 30 min wird die Suspension durch ein Sieb der Maschenweite 0,12 mm und mit einem Durchmesser von 8,5 cm hindurchgegeben, und nach dem Waschen mit 1 l Wasser sollte auf dem Sieb kein Material mehr vorhanden sein.

Rieselfähiges granulares Produkt

Aussehen:

Feuchtigkeitsgehalt: zwischen 2,0 und 5,0 % Wasser gemäß Dean-Stark

Siebanalyse: geht durch ein Sieb der Maschenweite 1,7 mm hindurch, wird aber durch ein Sieb der Maschenweite 0,5 mm zurückgehalten.

## BEISPIEL 2

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung einer 50 kg-Charge eines dispergierbaren Körnerpräparats, welche das Paraquat und Simazin enthält.

Paraquatkonzentrat (36,1 % Kation)	10,4 l
Simazin (technische Reinheit)	15,0 kg
Cetyltrimethyl-ammonium-bromid	2,0 kg
Magnesiumsulfat (wasserfrei)	28,0 kg.

- 13 -

Das Magnesiumsulfat wird in einen Mischer eingebracht, und das Paraquat wird in Form einer konzentrierten Lösung von Paraquatdichlorid zugegeben und eingemischt. Das Simazin (mit einer mittleren Teilchengröße von 5  $\mu$ ) und das oberflächenaktive Mittel werden dann zugegeben und eingemischt. Das erhaltene Gemisch wird extrudiert, getrocknet und in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise gesiebt. Das Produkt entspricht der in Beispiel 1 angegebenen Spezifikation.

### BEISPIEL 3

Dieses Beispiel beschreibt die Herstellung eines dispergierbaren Körnerpräparats, welches das unter dem Trivialnamen Pirimicarb bekannte Pesticid enthält.

Der Ansatz für eine 4 kg-Charge ist wie folgt:

Pirimicarb (wässrige Preßpasta, mittlere Teilchengröße 50 $\mu$ , 78 % Feststoffe)	2,56 kg
Dyapol PT	0,6 kg
Natriumacetat (wasserfrei)	0,4 kg
blauer gedeckter Farbstoff	0,04 kg
Talcum S2	0,96 kg.

Die Bestandteile werden zusammengemischt (zuerst der aktive Bestandteile und dann das Natriumacetat und schließlich die verbleibenden Bestandteile), und zwar in einem 'Nauta-Mischer'.

Das für die Extrusion bereite Gemisch enthält 9,5 % freies Wasser. Das Gemisch wird dann wie im Beispiel 1 oben mit einer Geschwindigkeit von annähernd 40 kg/h extrudiert. Das Produkt wird in einem Wirbelbett-Trockner mit einer Eintrittstemperatur von 60° C getrocknet, bis der Restwassergehalt zwischen 0,5 und 1 % liegt. Das Produkt wird dann durch Siebe mit den Maschenweiten 2,0 bzw. 0,5 mm gesiebt, und das Produkt ist diejenige Fraktion, die durch das Sieb der Maschenweite 2 mm hindurchgeht, aber von dem Sieb der Maschenweite 0,5 mm zurückgehalten wird. Das Produkt entspricht der am Ende von Beispiel 1 angegebenen Spezifikation, außer daß:

- a) 0,2 g des Produkts beim Test auf Desintegration und Suspensionsfähigkeit verwendet werden und die 5 min- und 30 min-Sedimentgrenzen 0,05 ml bzw. 0,1 ml sind;
- und;
- b) der Feuchtigkeitsgehalt des Produkts zwischen 0,5 und 1 % liegt.

#### BEISPIEL 4

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung eines dispergierbaren Körnerpräparats, welches das Pesticid Metazoxolon enthält.

Der Ansatz für eine 25 kg-Charge ist wie folgt:

409831/1073

Metazoxolon (wässrige Preßpaste, 94 % Feststoffe)	2,67 kg
Polyfon H	3,75 kg
Arylan SX	0,25 kg
Natriumacetat (wasserfrei)	2,5 kg
GTY Powder (Tonerde als Ver- dünnungsmittel)	15,83 kg.

Das Metazoxolon (welches eine mittlere Teilchengröße von 8  $\mu$  aufweist) wird mit dem Natriumacetat gemischt, und die anderen Bestandteile werden dann diesem Gemisch zugegeben. Der Wassergehalt des Gemischs wird dann durch Zugabe von Wasser auf 20 Gew.-% eingestellt. Das Gemisch wird dann gemäß Beispiel 1 extrudiert und dann in einem Wirbelbett-Trockner bei einer Eintrittstemperatur von 60° C bis zu einem Restwassergehalt zwischen 2 und 4 Gew.-% getrocknet.

Das getrocknete Produkt wird dann gesiebt, wobei der Teil, der durch ein Sieb der Maschenweite 1,7 mm hindurchgeht, aber vom Sieb der Maschenweite 0,5 mm zurückgehalten wird, als fertiges Produkt genommen wird.

Das Produkt entspricht der in Beispiel 1 angegebenen Spezifikation, wobei die im Desintegrations- und Suspendierbarkeits-Test nach 5 min und 30 min ermittelten Grenzen 0,2 ml bzw. 0,5 ml sind und der Feuchtigkeitsgehalt zwischen 2,0 und 4,0 % liegt.

BEISPIEL.5

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung eines dispergierten Körnerpräparats, welches Captan als Pesticid (aktiver Bestandteil) enthält. Der Ansatz ist wie folgt:

Captan (Pulver technischer Reinheit, mittlere Teilchengröße 5 $\mu$ )	2 500 g
"Polyfon" H	375 g
Natriumbicarbonat	875 g
"Arylan" SB	50 g
Natriumacetat (wasserfrei)	205 g
Speston	1 200 g
Wasser	1 000 g.

Das Mischen der obigen Bestandteile wird während 30 min in einem Bandmischer ausgeführt. Dann wird 1 l Wasser zugegeben, und das Mischen wird weitere 5 min fortgesetzt. Das Gemisch, welches 13,0 % freies Wasser enthält, wird dann extrudiert, getrocknet und gesiebt, wie es im Beispiel 1 oben beschrieben ist. Das Produkt zeigt gemäß einer Analyse einen Captangehalt von 45,0 % und enthält kein Wasser. Wenn es in Wasser eingebracht wird, dann findet rasch eine Desintegration statt, wobei eine wässrige Suspension des Pesticids entsteht.

In der Folge sind einige der in den Präparaten der obigen Beispiele verwendeten Bestandteile näher beschrieben.

Dyapol PT (Lieferer: YORKSHIRE DYEWARE) ist vermutlich ein Kondensat aus Sulfanilsäure, Formaldehyd und Harnstoff. Es enthält auch Natriumsulfat.

Talcum S2 ist ein grobes Talcum, d.h. ein komplexes, hydratisiertes Magnesium-aluminosilicat.

Polyfon H (Lieferer: WESTVACO, U.S.A.) ist Natriumlignin-sulfonat.

Arylan S.B.  
und

Ary-lan SX (Lieferer: LANKRO CHEMICALS) sind verzweigtkettige (SX besitzt weniger Verzweigungen als S.B.) Dodecyl-benzol-sulfonsäuren.

Spesten ist eine feine Tonerde.

Herbicide Körner, die Gemische von unlöslichen Herbiciden mit herbiciden Bipyridyliumsalzen (beispielsweise Halogenide) enthalten, können gemäß der Erfindung besonders zweckmäßig in Präparate verarbeitet werden.

Körner, die Gemische aus Paraquat und Siamzin enthalten, sind im Beispiel 2 erläutert. In ähnlicher Weise können Körner hergestellt werden, die Gemische von Salzen von Diquat mit dem unlöslichen Herbicid Diuron enthalten. Außerdem können auf gleiche Weise Körner hergestellt werden, die Gemische von 1,1'-Bis(N,N-diäthylaminocarbonylmethyl)-4,4'-bipyridyliumsalzen mit dem unlöslichen Herbicid Atrazin enthalten.

Wie es in den obigen Beispielen erläutert ist, betrifft die

2403427

- 18 -

Erfahrung weiterhin wasserdispergierbare Körner mit einer Größe im Bereich von 0,5 bis 5 mm, welche mindestens 45 % und im allgemeinen nicht mehr als 80 Gew.-% eines festen, wasserunlöslichen Pesticids in Form von Teilchen mit einer Größe von weniger als 200  $\mu$  Durchmesser, ein Desintegrationsmittel, allgemein in Mengen von 5 bis 60 Gew.-%, und mindestens 4 %, aber vorzugsweise nicht mehr als 25 Gew.-% eines Dispergiermittels enthalten, einen Wassergehalt (gemessen durch die Dean-Stark-Methode) von nicht mehr als 5 % besitzen und sich in einer 1-%igen Verdünnung in hartem Standard-Wasser bei 30 °C so dispergieren, daß nach 2 min praktisch kein Sediment entstanden ist.

409831/1073

PATENTANSPRÜCHE:

- ① Verfahren zur Herstellung von in Wasser dispergierbaren Körnern mit einer Teilchengröße im Bereich von 0,5 bis 5 mm und mit mindestens 15 Gew.-% eines festen, wasserunlöslichen Pesticids und mindestens 4 Gew.-% eines Dispergiermittels, dadurch gekennzeichnet, daß man ein extrudierbares wässriges Gemisch aus dem wasserunlöslichen Pesticid, dem Dispergiermittel und einem Desintegrationsmittel herstellt, worin das Pesticid weitgehend in Form von Teilchen mit einer Größe von weniger als 200  $\mu$  Durchmesser vorliegt, das Gemisch unter Bildung von feuchten zusammenhaltenden Granalien extrudiert, die Granalien trocknet, und Granalien mit einer Teilchengröße im Bereich von 0,5 bis 5 mm, nötigenfalls durch Aussieben, gewinnt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Herstellung des extrudierbaren wässrigen Gemisches eine Einstellung des freien Feuchtigkeitsgehaltes des Gemisches durch Zusatz von Wasser umfaßt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Herstellung des extrudierbaren wässrigen Gemisches die Einstellung des freien Feuchtigkeitsgehalts durch Zusatz eines Salzes mit Wasserunterschluß umfaßt.

409831/1073

- 20 -

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Salz mit Wasserunderschluß ein Desintegrationsmittel ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Granalien in einem Wirbelbett-Trockner getrocknet werden.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß ein wasserlösliches Pesticid zum extrudierbaren wässrigen Gemisch zugegeben wird.

---

409831/1073

